

Application Number 99119971

Title Preparation method for ammonium glyphosphonate

Abstract

The preparation method of ammonium glyphosphonate includes the following steps: adding glyphosphonic acid in pressure still with stirrer, then introducing liquid ammonia into said pressure still to make reaction, the weight ratio of glyphosphonic acid and liquid ammonia is 1 : 0.5-1 : 5, preferably 1 : 1-1 : 3, reaction pressure is 1.0-2.8 MPa and temp. is 20-60 deg.C, in the course of reaction promptly removing reaction heat, after reaction, opening discharge valve and pressing the ammonium glyphosphonate into decompressing channel, granulating and heating liquid ammonia being in the decompressing channel, and vapourizing to remove ammonium glyphosphonate dust from it, and compressing liquid ammonia as raw material for reuse. Said invention is simple in process, high in production efficiency and low in cost.

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int.Cl⁷

C07F 9/38

A01N 57/18

[12]发明专利申请公开说明书

[21]申请号 99119971.5

[43]公开日 2000年7月19日

[11]公开号 CN 1260349A

[22]申请日 1999.11.8 [21]申请号 99119971.5

[71]申请人 浙江新安化工集团股份有限公司

地址 311600 浙江省建德市新安江镇大桥路93号

[72]发明人 季诚建 周曙光 刘侠

雷恭僧 陈志明 钱文飞

叶世胜 张柏青 余仁初

[74]专利代理机构 浙江省专利事务所

代理人 梁寅春

权利要求书1页 说明书4页 附图页数0页

[54]发明名称 草甘膦酸铵的制备方法

[57]摘要

草甘膦酸铵的制备方法，在带搅拌器的压力釜中加入草甘膦酸，再往该压力釜中通入液氮进行反应，草甘膦酸与液氮的重量比为1:0.5~1:5，优选为1:1~1:3，反应压力为1.0~2.8MPa，温度为20~60℃，反应中及时移走反应热，反应后开启出料阀，将产物草甘膦酸铵压入泄压槽造粒，再将泄压槽内的液氮升温汽化，除去其中的草甘膦酸铵粉尘后压缩成液氨作原料回用。本发明工艺简单，生产效率高，成本低。

ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1、草甘膦酸铵的制备方法，以草甘膦酸为原料，其特征是在带搅拌器的压力釜中加入草甘膦酸，再往该压力釜中通入液氨进行反应，草甘膦酸与液氨的重量比为 1:0.5~1:5，反应中及时移走反应热，反应后开启出料阀，将产物草甘膦酸铵压入泄压槽造粒。

2、如权利要求 1 所述的草甘膦酸铵的制备方法，其特征是将所述泄压槽内的液氨升温汽化，除去其中的草甘膦酸铵粉尘后压缩成液氨作原料回用。

3、如权利要求 1 或 2 所述的草甘膦酸铵的制备方法，其特征是反应压力为 1.0~2.8MPa，温度为 20~60℃。

4、如权利要 3 所述的草甘膦酸铵的制备方法，其特征是反应温度为 30~50℃。

5、如权利要求 1 或 2 所述的草甘膦酸铵的制备方法，其特征是草甘膦酸与液氨的重量比为 1:1~1:3。

6、如权利要求 3 所述的草甘膦酸铵的制备方法，其特征是草甘膦酸与液氨的重量比为 1:1~1:3。

7、如权利要求 2 所述的草甘膦酸铵的制备方法，其特征是将所述泄压槽内的液氨升温至 80~90℃汽化。

说 明 书

草甘膦酸铵的制备方法

本发明涉及草甘膦酸盐的制备，特别是草甘膦酸铵的制备，更具体说是属于无水体系中草甘膦酸铵的制备。

草甘膦酸是一种高效除草剂，1997年全球销售额已逾20亿美元，近几年来，其销售额均呈2位数增长。随着耐草甘膦酸作物品种的发展，其销量将进一步增长，用途也更广泛。由于草甘膦酸的耐水溶性，开发具有同等效果的水溶性剂型很有必要。与草甘膦酸钠相比，草甘膦酸铵具有不易结块，制造成本较低，除草活性相对较高的优点。

申请号96196134.1，公开号CN 1192743A的发明专利申请公开说明书披露了以草甘膦酸与氢氧化氨水溶液（氨水）反应制备草甘膦酸铵的方法。由于氨水含大量水，故该法工艺较复杂，在氨水加入的整个过程中须连续干燥，以维持适当的水份含量，并需严格控制氨水加入速率，保证系统内驱除水份速率比引入水份速率快，由此需定时取样分析测定水份含量，且产物还需干燥处理。

申请号96196133.3，公开号CH 1192742A的发明专利申请公开说明书披露了以草甘膦酸与无水氨气反应制备草甘膦酸铵的方法，该法需采用“自动清洗型”反应器，要求反应器内所设“推进器”保持精密尺寸，能连续刮除器壁上沉积的产物，否则在器壁上形成固体衬里，会影响反应热移去。且要严格控制氨气加入速度，保证氨气与草甘膦酸以完全均匀分散的方式引入到反应器中，氨气入口不当易形成入口的污塞及生成聚块状固体，产品必须加以烘干粉碎。

本发明的目的在于为克服上述缺陷，提供一种工艺简单，生产效率高，成本低的草甘膦酸铵的制备方法。

本发明的技术解决方案是以草甘膦酸为原料，其特殊之处是在带搅拌器的压力釜中加入草甘膦酸，再往该压力釜中通入液氨进行反应，草甘膦酸与液氨的重量比为 1:0.5~1:5，反应中及时移走反应热，反应后开启出料阀，将产物草甘膦酸铵压入泄压槽造粒。

本发明是在液氨过量状态下进行反应，可以将带入泄压槽内的液氨升温汽化，除去其中的草甘膦酸铵粉尘后压缩成液氨作原料回用。

本发明的反应为放热反应，反应压力可以是 1.0~2.8MPa，温度控制在 20~60℃，优选的温度为 30~50℃。

本发明草甘膦酸与液氨优选的重量比为 1:1~1:3。

本发明于反应后利用压差将产物草甘膦酸铵压入泄压槽，在泄压槽中完成造粒工序，同时适当提高温度至 80~90℃，将泄压槽内的液氨汽化，引入气柜，再经压缩成为液态后重新回用。

本发明由于采用液氨作原料，使反应在无水状态下进行，故反应过程中无需除水干燥及进行含水量分析测定，大大简化了工艺，并能缩短反应时间，节省能耗，且产物也无需进行干燥处理。本发明反应在液氨过量下进行，过量的液氨兼作溶剂与分散剂，使草甘膦酸与液氨接触十分完全，不会因出现局部区域反应而使反应器壁积聚固体层，影响反应热移去，也不会在原料入口积聚污塞。本发明的产物草甘膦酸铵能以粒状形式存在，不会出现块状固体物，且产物无需进行烘干与粉碎，在泄压槽中能自行造粒。本发明所用液氨可回收循环使用，综合成本低。

下面以实施例对本发明的技术方案作具体说明。

实施例 1 在带有搅拌器、压力表、温度计、安全阀的 2L 不锈钢压力釜中一次性加入 100.0g 草甘膦酸原粉（纯度 96.55%），往压力釜中压入 250.0g 液氨，氨压控制在~1.5Mpa，然后关闭进氨阀，开启搅拌，釜内温度开始明显上升，及时移走反应生成热，反应时间为 1 小时。开启出料阀，利用压差将草甘膦酸铵压入泄压

槽，在泄压槽内完成造粒工序，并适当提高温度至80~90℃，将液氨尽可能汽化，并经除尘器除去其中的草甘膦酸铵粉尘后，引入氨气柜，再经压缩成为液态后，重新回用。结果如表1所示。

表 1

进 料		出 料		收率 (%)
液氨 (g)	250.0	液氨回收 (g)	231.5	96.34
草甘膦酸 (96.5%) (g)	100.0	草甘膦酸铵 (g)	109.2 (含量 95.3%)	97.99

经定性试验确定了生成物为草甘膦酸铵，取些许草甘膦酸铵放于水中，未发现不溶性物质，表明反应完全。

实施例 2 往压力釜中压入液氨 50.0g，将氨压控制在1.3Mpa，其它条件与上例相同，这时从仪表盘上显示的数据可以看到，反应十分缓慢，温度上升不明显，反应时间5小时，结果如表2所示。

表 2

进 料		出 料		收率 (%)
液氨 (g)	50.0	液氨回收 (g)	37.4	92.80
草甘膦酸 (96.5%) (g)	100.0	草甘膦酸铵 (g)	105.3 (含量 90.5%)	89.73

取少许草甘膦酸铵做水溶性试验，还有一部分未能溶于水，表明有部分草甘膦酸未成铵盐；液氨回收率偏低。

实施例 3 往压力釜中压入液氨 500.0g，将氨压控制在2.5Mpa，其它条件与例1相同，这时反应十分明显，得及时控制反应温度，否则压力难以控制在规定范围内。反应时间1小时，结果如表3所示。

表 3

进 料		出 料		收率 (%)
液氨 (g)	500.0	液氨回收 (g)	459.1	93.64
草甘膦酸 (96.5%) (g)	100.0	草甘膦酸铵 (g)	109.5 (含量 95.5%)	98.47

取样少许做水溶性试验，未发现不溶物；液氨回收率偏低。

实施例 4 将反应器放大到 200L，投入草甘膦原粉 25.0kg，液氨 70.0kg，氨压控制在 1.0~1.2Mpa，反应时间 1.5 小时，其它条件与例 1 相同，相应数据如表 4 所示。

表 4

进 料		出 料		收率 (%)
液氨 (kg)	70.0	液氨回收 (kg)	65.3	96.63
草甘膦酸 (96.5%) (kg)	25.0	草甘膦酸铵 (kg)	27.2 (含量 95.8%)	98.14

从上表试可以看出，中试结果与小试相吻合，液氨回收率及草甘膦酸铵收率好于小试。

实施例 5 将反应器放大到 1200L，投入草甘膦酸原粉 150kg，液氨 320kg，氨压控制在 1.0~1.2Mpa，结果示于表 5。

表 5

进 料		出 料		收率 (%)
液氨 (kg)	320.0	液氨回收 (kg)	300.1	98.22
草甘膦酸 (96.5%) (kg)	150.0	草甘膦酸铵 (kg)	165.2 (含量 95.6%)	99.13

从表 5 生产规模结果可以看出，收率都优于小试、中试，主要因为生产规模相对误差较小；取样做水溶性试验，未发现不溶物；经喷雾试验，达到同类型草甘膦酸剂型效果。